

METAL POWDER AND ITS PRODUCTION

Publication number: JP2057603 (A)

Publication date: 1990-02-27

Inventor(s): YOKOYAMA AKINORI; NAKAJIMA HITOSHI

Applicant(s): ASAHI CHEMICAL IND

Classification:


- international: C09C1/62; B22F1/00; B22F9/06; C09C1/66; C09D5/00; C09D5/24; C09D5/38; C22C9/01; C09C1/62; B22F1/00; B22F9/06; C09D5/00; C09D5/24; C09D5/38; C22C9/01; (IPC1-7): B22F1/00; B22F9/06; C09C1/62; C09D5/00; C09D5/24; C09D5/38


- European:

Application number: JP19880207439 19880823

Priority number(s): JP19880207439 19880823

Also published as:

 JP7011003 (B)

 JP1981085 (C)

[View INPADOC patent family](#)

[View list of citing documents](#)

Abstract of JP 2057603 (A)

PURPOSE: To produce the title conductive metal powder consisting of the Al and Cu having a specified mean composition, wherein the Al content on the surface is higher than the average, having good color tone, and difficult to discolor by rapidly solidifying the molten mixture of Al and Cu in an inert gas atmosphere. CONSTITUTION: The molten mixture of Al and Cu is allowed to collide with a high-speed rotor having high heat conductivity, rapidly solidified thereby, and then crushed. As a result, metal powder having the mean composition shown by Cu_xAl_{1-x} ($0.4 \leq x \leq 0.995$) and wherein the ratio of Al/Cu on the surface is higher than that on the average is obtained. The metal powder has good color tone, the powder is hardly discolored, and the conductivity is not deteriorated with time.; In the mean composition Cu_xAl_{1-x} of the metal powder, $0.4 \leq x \leq 0.97$ is preferably fulfilled for the metal powder pigment, and $0.8 \leq x \leq 0.995$ is fulfilled for the conductive metal powder.

Abridged Translation of JP-A-H02-57603

Laid-open date: Feb. 27, 1990

Application Number: S63-207439

(filing date: Aug. 23, 1988)

Applicant: Asahi Chemical Ind.

Title of Invention

Metal Powder and Its Production

Brief Explanation of Invention

—※—※—※—※—※—※—※—※—

--Second paragraph of the right side of the top of p.2--

Methods for producing metal powder according to the invention are listed as follows:

- a method that melt of copper and aluminum is collided against a high speed rotor body having high heat conductivity, preferably in an inert gas, is solidified and is then comminuted.
- a method that blowout melt of copper and aluminum and high speed air stream of an inert gas are collided.
- a method that blowout melt of copper and aluminum and high speed air stream of an inert gas are collided, and are subsequently collided against a high speed rotor body having high heat conductivity.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-57603

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)2月27日

B 22 F 1/00
9/06
C 09 C 1/62
C 09 D 5/00
5/24
5/38

L
PBL
PPM
PSG
PQW
PRF

7511-4K
7511-4K
7038-4J
7038-4J
7038-4J
6944-4J
6944-4J

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全5頁)

⑭ 発明の名称 金属粉体およびその製法

⑮ 特 願 昭63-207439

⑯ 出 願 昭63(1988)8月23日

⑰ 発 明 者 横 山 明 典 岡山県倉敷市潮通3丁目13番1 旭化成工業株式会社内
⑰ 発 明 者 中 島 齊 岡山県倉敷市潮通3丁目13番1 旭化成工業株式会社内
⑱ 出 願 人 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
⑲ 代 理 人 弁理士 小松 秀岳 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

金属粉体およびその製法

2. 特許請求の範囲

- (1) 平均組成が $Cu_x Al_{1-x}$ ($0.4 \leq x \leq 0.995$) で表わされ、かつ、表面の Al 組成比 (対 Cu) が平均の Al 組成比 (対 Cu) より大きいことを特徴とする金属粉体。
- (2) 平均組成が $Cu_x Al_{1-x}$ ($0.4 \leq x \leq 0.97$) で表わされ、かつ、表面の Al 組成比 (対 Cu) が平均の Al 組成比 (対 Cu) より大きいことを特徴とする金属粉体顔料。
- (3) 平均組成が $Cu_x Al_{1-x}$ ($0.8 \leq x \leq 0.995$) で表わされ、かつ、表面の Al 組成比 (対 Cu) が平均の Al 組成比 (対 Cu) より大きいことを特徴とする導電性金属粉体。
- (4) アルミニウムと銅の融液を不活性ガス雰囲気中で急冷凝固することを特徴とする請求項 1 ないし 3 項の何れかに記載の金属粉体の製法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は自動車、電子装置などのメタリック塗装、電磁遮蔽、帯電防止などに用いられる金属粉体およびその製法に関する。

〔従来の技術〕

アルミニウム粉末は自動車、電気製品などのメタリック塗装、金属色インクなどの顔料として公知である。電磁遮蔽や帯電防止などに用いられる導電性粉体として銅、銀メッキ品の粉末が公知である。(特公昭47-3019号、特開昭60-243277号、特開昭61-163975号参照)

自動車などのメタリック塗装用顔料としてアルミニウム粉末を用いた場合、色はいわゆる銀色に限られており、多様性に欠ける。銅の粉末は酸化されて黒っぽくなりメタリック塗装用顔料には適さない。電磁遮蔽などに用いるいわゆる導電性粉体として用いると、銅粉末は酸化が容易に進行し、導電率の維持が困難である。アルミニウム粉末の場合、表面に緻密な酸化物層

が生成し十分な導電率を与えない。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明は、メタリック塗装用顔料として用いたときに、色調の選択範囲が広く、かつ、色調の変化がない顔料、ならびに、導電性金属粉体として用いた時には、電気抵抗が長い間変化しない、安定な金属粉体およびその製法を提供しようとするものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者らは前記課題の解決された金属粉体について鋭意検討した結果、平均組成が $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ (ただし、 $0.4 \leq X \leq 0.995$) で表わされ、表面の Al/Cu 比が平均組成の Al/Cu より大きいことを特徴とする金属粉体を見出し、本発明に到達した。すなわち、本発明は平均組成が $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ (ただし、 $0.4 \leq X \leq 0.995$) で表わされ、表面の Al/Cu 比が平均組成の Al/Cu より大きいことを特徴とする金属粉体およびその製法に関する。

本発明の金属粉体 $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ ($0.4 \leq X \leq$

せる方法等があげられる。

熱伝導性の良い高速回転体とは銅、銅合金、鉄合金などの金属製が好ましく、形態は円柱、円板などが好ましく、回転周速度は衝突位置で平均 $1,000 \sim 10,000 \text{ m/min}$ が好ましく、 $1,000 \sim 5,000 \text{ m/min}$ がさらに好ましい。高速回転体には水などの冷媒を用いた冷却機構を付けても良い。不活性ガスとは本発明の融液と全く、あるいは、きわめてゆるやかにしか反応しないガスであり、たとえば、アルゴン、ヘリウム、窒素あるいはそれらの混合物である。不活性ガスの高速気流は本発明の融液を微細化するのに必要な線速度と本発明の融液を $10^3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{秒}$ 以上の冷却速度で冷却するのに必要な流量を有しなければならない。不活性ガスの高速気流を調製する好ましい方法には高压の不活性ガスを実質的に断熱膨脹させる方法がある。

本発明の金属粉体の表面はアルミニウムに富んでおり、アルミニウムの濃度が粉体の表面にむかって次第に増大する領域を有する。表面原

0.995)はXを $0.4 \sim 0.995$ の間で変えることにより明銅色、金色、明黄色、銀黄色など種々の色が出る上、耐酸化性が良好であるため酸化による変色が起らない。メタリック塗装用などの金属顔料として用いる場合はXは $0.4 \sim 0.97$ が好ましく、 $0.5 \sim 0.97$ が更に好ましく、 $0.5 \sim 0.9$ が一層好ましい。

本発明の金属粉体は耐酸化性が優れているため、導電性の経時劣化がなく優れた導電性金属粉体である。導電性金属粉体として用いる場合のXは $0.8 \sim 0.995$ が好ましく、 $0.90 \sim 0.99$ が更に好ましく、 $0.92 \sim 0.98$ がもっとも好ましい。

本発明の金属粉体を製造する方法としては銅とアルミニウムの融液(以下融液という)を好ましくは不活性ガス中で、熱伝導性の良い高速回転体へ衝突させて凝固させ、ついで粉砕する方法、噴出した本発明の融液と不活性ガスの高速気流を衝突させる方法、噴出させた本発明の融液と不活性ガスの高速気流を衝突させ、ついで速やかに熱伝導性の良い高速回転体に衝突さ

す方法(Al/Cu)は平均原子比(Al/Cu)の2倍以上、好ましくは4倍以上、更に好ましくは10倍以上である。表面組成はXPS(X線光電子分光分析装置)をX線源にマグネシウムの $K\alpha$ 線を用いて測定する。

表面組成の測定をするに際しては、測定精度を上げるため、先ず、粉体表面の付着物を除去する。即ち、XPS平板試料台上に均一に分散した粉体を試料台に対し 90° の入射角で、アルゴンガス圧 10^{-7} Torr 、加速電圧 3 KeV の条件で、10分間アルゴンイオンでエッチングし、ついで分析する。この操作を5回繰返し、分析の平均値を表面組成とする。

平均組成の測定は以下の方法に従う。先ず、粉体1gに濃硝酸を加えて完全に溶解し、その溶液をICP法(高周波誘導結合型プラズマ発光分析計)によって分析する。

〔実施例〕

以下、実施例および比較例によって本発明を具体的に説明する。

実施例 1

純度99.9%以上の銅粉(高純度化学製)126gと純度999.9%以上のアルミニウム粉(高純度化学製)5gとを混合し、アルゴン雰囲気中で高周波誘導加熱で溶融混合した。この試料をアルミナるつぼ(底部にストッパー付のノズルを有する)中アルゴン雰囲気中で高周波誘導加熱で溶融し、融液を 0.4kg/cm^2 のガス圧で、常圧中で7200rpmで回転する円板(φ200mm、厚さ10mmの銅製円板、表面温度は20~50℃)へ向けて6秒で噴出した。同時に 100kg/cm^2 Gの高圧アルゴンガス3300NTPℓを6秒間で融液へ向けて放出した。急凝固粉末は平均径 $40\mu\text{m}$ の球状であった。

XPSの結果表面のAl/Cu原子比は10であった。作製された粉末のうち30gをアクリル系熱可塑性樹脂20gに分散し、ポリエチレンテレフタレートフィルム上へ塗布し、50℃で乾燥させた。塗膜の体積抵抗率は $9.5 \times 10^{-4} (\Omega \cdot \text{cm})$ であった。

抵抗率は $1 \times 10^{-3} (\Omega \cdot \text{cm})$ とほぼ同じであった。

実施例 3

銅粉63gとアルミニウム粉5gとを混合し、アルゴン雰囲気中で溶融混合した。平均組成Al/Cu=0.18であった。溶融混合後、実施例2と同じ形状のアルミナるつぼ中で高周波誘導加熱溶融して、 0.4kg/cm^2 のガス圧で融液を6000rpmで回転する円板(実施例1と同じ)の中心より50mmの半径位置(周速1800m/s)へ8秒で噴出した。同時に圧力 100kg/cm^2 のアルゴンを20NTPℓ/g融液で融液へ向けて噴出した。急凝固粉末は平均径 $40\mu\text{m}$ であった。

粉末は黄金色を示していた。XPSで測定したところ、表面組成Al/Cu=13であった。また、粉末2gをジメチルエタノールアミン水溶液(pH=9.2)に入れ、50℃、1時間保ち、発生する水素を測定したところ、0.08ml(NTP)であった。

実施例 4

また、塗膜を80℃、湿度70%の空気中に放置した。400時間後の体積抵抗率は $9.5 \times 10^{-4} (\Omega \cdot \text{cm})$ とほぼ同じであった。

実施例 2

銅粉126gとアルミニウム粉1gとを混合し、アルゴン雰囲気中で溶融混合した。平均組成Al/Cu=0.02であった。溶融混合後、実施例1と同じ形状のアルミナるつぼに充填し、さらに高周波誘導加熱溶融して、 0.4kg/cm^2 Gのガス圧で常圧下へ10秒間で噴出した。同時に、 100kg/cm^2 の高圧アルゴン3800NTPℓを融液へ向けて噴出した。急凝固粉末は平均径 $10\mu\text{m}$ の球状粉末であった。

XPS分析の結果、表面のAl/Cu原子比は7であった。作製された粉末のうち30gをアクリル系熱可塑性樹脂20gに分散し、ポリエチレンテレフタレートフィルム上へ塗布し、50℃で乾燥させた。塗膜の体積抵抗率は $1 \times 10^{-3} (\Omega \cdot \text{cm})$ であった。また、塗膜を80℃、湿度70%の空気中に放置した。400時間後の体積

銅粉63gとアルミニウム粉27gとを混合し、実施例3と同じ条件下で溶融混合した。平均組成Al/Cu=1であった。溶融混合後、実施例3と同じ形状のアルミナるつぼに入れ、高周波誘導加熱溶融した。融液を7200rpmで回転する円板(実施例3で用いた円板と同じ形状)の中心より50mmの半径位置(周速2200m/s)へ、 0.4kg/cm^2 Gのガス圧で6秒間で噴出した。同時に圧力 100kg/cm^2 のアルゴンを、ガス量30NTPℓ/g融液で、融液へ向けて噴出した。急凝固粉末は平均径 $30\mu\text{m}$ の球状であった。粉末は黄色を示していた。XPSで測定したところ、表面組成Al/Cu=30であった。また、粉末2gをジメチルエタノールアミン水溶液(pH=9.2)に入れ、50℃、1時間保ち、発生する水素を測定したところ、0.03ml(NTP)であった。

比較例 1

市販の銅粉(FCC115)10gを実施例1、2と同様に塗膜化した。塗膜の初期の体積抵抗率は $1 \times 10^{-3} (\Omega \cdot \text{cm})$ であった。80℃、湿度70

平成1年2月1日

特許庁長官 吉田文毅 殿

%の空気中に、400時間放置したところ、 6×10^{-3} ($\Omega \cdot \text{cm}$) に増加していた。

[発明の効果]

以上説明したように本発明は新規な色を有し、かつ、変色の起りにくいメタリック塗装用金属粉体顔料ならびに経時劣化のない導電性金属粉体を提供するものである。

特許出願人 旭化成工業株式会社

代理人 弁理士 小松 秀 岳

代理人 弁理士 旭 宏

代理人 弁理士 加々美 紀雄

1. 事件の表示

特願昭63-207439号

2. 発明の名称

金属粉体およびその製法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 (003) 旭化成工業株式会社

4. 代理人

〒107 (電話586-8854)

住所 東京都港区赤坂4丁目13番5号

赤坂オフィスハイツ

氏名 (7899) 弁理士 小松 秀 岳

住所 同 所

氏名 (8929) 弁理士 旭 宏

住所 同 所

氏名 (9470) 弁理士 加々美 紀雄

5. 補正命令の日付 (自発)

6. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

7. 補正の内容

(1) 明細書第7頁15行乃至第8頁第3行を下記のとおり補正する。

「ICPで測定した平均のAl組成比(対Cu)は0.09であった。XPSを用いた測定結果は、表面より、Al/Cu(原子比)10, 9, 8, 7, 6であり、表面のAl組成比(対Cu)(前記5個の測定値の平均)は8であった。

得られた粉体30gアクリル系熱可塑性樹脂20gと、エチルセロソルブ5gの液に分散し、ポリエステルフィルムへ塗布し、50℃で乾燥した。塗膜の厚さは45μmであった。4端子法で測定した塗膜の体積抵抗率は $3 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ であった。この塗布したフィルムを80℃、湿度70%の大気中に400時間放置した。体積抵抗率はほとんど変わらなかった。」

(2) 同、第8頁第14行乃至第9頁第2行の記載を下記のとおり補正する。

「平均のAl組成比は0.09であった。XPSを用いた測定結果は、表面より、Al/Cu(原子比)7, 6, 5, 4, 3であり、表面のAl組成

比(対Cu)(前記5個の測定値の平均)は5であった。得れた粉体35gをアクリル系熱可塑性樹脂20gと、エチルセロソルブ5gの液に分散し、ポリエステルフィルムへ塗布し、50℃で乾燥した。塗膜の厚さは50μmであった。4端子法で測定した塗膜の体積抵抗率は $1.5 \times 10^{-3} \Omega \text{m}$ であった。この塗布したフィルムを80℃、湿度70%の大気中に400時間放置した。体積抵抗率はほとんど変わらなかった。」

(3) 同、第9頁14~15行の「XPSで測定…13であった。」を下記のとおり補正する。
「平均のAl組成比は0.19であった。XPSを用いた測定結果は、表面より、Al/Cu(原子比)13, 12, 11, 10, 9であり、表面のAl組成比(対Cu)(前記5個の測定値の平均)は11であった。」

(4) 同、第10頁第12~13行の「XPSで測定…30であった。」を下記のとおり補正する。
「平均のAl組成は1.0であった。XPSを用いた測定結果は、表面より、Al/Cu(原子

比) 30, 29, 28, 27, 26であり、表面のA 1組
成比(対Cu)(前記5個の測定値の平均)は
28であった。」